

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

L1 ANSWER 1 OF 1 WPIDS COPYRIGHT 2001 DERWENT INFORMATION LTD
AN ***1978-80809A*** [45] WPIDS
TI 1-Methyl-adamantane prodn. - by isomerising 1-methyl-tri
cyclo(5.2.1.0-4,10)decane in presence of acid catalysts.
DC B05 E15
PA (KAOS) KAO SOAP CO LTD
CYC 1
PI JP 53112859 A 19781002 (197845)*
PRAI JP 1977-26759 19770310
IC C07C013-54
AB JP 53112859 A UPAB: 19930901
1-Methyladamantane of formula (II) is produced by isomerising
1-methylperhydrotri-quinacene (1-methyltricyclo /5.2.1.04,10/de
cene) of
formula (I) in the presence of acid catalysts (e.g. aluminium c
hloride).
The amts. of the catalysts used are 0.01-1000 moles to 1 m
ole of the
cpd. of Formula (I). Use of solvents such as aliphatic, alicyc
lic and
aromatic hydrocarbons and halogenated hydrocarbons in amts. of
0.1-1000
times the wt. of the cpd. of Formula (I) is recommended in orde
r to
diffuse the reaction heat generated efficiently.
FS CPI
FA AB
MC CPI: B09-D01; E09-D01; N01-C

物が得られる。必要ならば適当な有機溶媒から再結晶して略率的な本発明化合物を得る。構造は元素分析、IR、NMR、MASS等の分析結果から決定した。

次に合成例を述べて本発明に係る有効成分化合物の製造法について更に詳しく説明する。

合成例1 (化合物番号18)

n-プロピル-4-(4-トリル)-1,3-ジチオアロハネート5g、ピリジン3g及びベンゼン100mlの混合物を氷水で冷却しながら撹拌し、炭素4.7gのベンゼン溶液200mlを滴下した。生成した不溶物を濾過して除き、ベンゼンを留去し、残渣をリグロインから再結晶して黄色結晶の5-n-プロピルオキシン-3-(4-トリルイミノ)-3H-1,2,4-ジチアゾール3gを得た。純度で直ちに溶解して黄灰色油状物をつた。 n_D^{25} 1.6325。

合成例2 (化合物番号2)

エチル-4-(4-クロロフェニル)-1,3-ジチオアロハネート19.2g、ピリジン11gを200ml

のベンゼンに溶解し、室温で炭素17.7gを300mlのベンゼンに溶解して滴下した。3時間室温で撹拌した後、析出したピリジンヨウ化水素酸塩を濾過し、ベンゼンを減圧で留去し、残渣をリグロインから再結晶すると11.5gの目的化合物(黄色結晶)が得られた。融点105~107℃。

合成例3 (化合物番号14)

エチル-4-(4-クロロ-2-メチルフェニル)-1,3-ジチオアロハネート5.8g、ピリジン3.2gを100mlのベンゼンに溶解し、5~10℃に冷却して炭素5.1gを100mlのベンゼンに溶解して滴下した。1時間室温で撹拌した後析出したピリジンヨウ化水素酸塩を濾過し、ベンゼンを減圧で留去し、残渣をエタノールから再結晶すると4.3gの目的化合物(黄色結晶)が得られた。融点118~120℃。

合成例4 (化合物番号8)

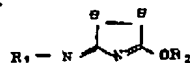
イソプロピル4-(4-クロロフェニル)-1,3-ジチオアロハネート7g、ピリジン3.8gを60mlのベンゼンに溶解し、5~10℃に冷却して



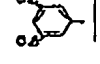
炭素6.1gを100mlのベンゼンに溶解して滴下した。1時間室温で撹拌した後、析出したピリジンヨウ化水素酸塩を濾過し、ベンゼンを減圧で留去し、残渣をエタノールから再結晶すると5gの目的化合物(黄色結晶)が得られた。融点93~94℃。





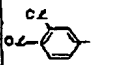
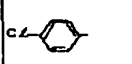
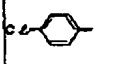
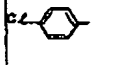

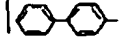
第1表に本発明に係る有効成分化合物の代表例とその物理定数を示す。

第1表

一般式



化合物番号	R ₁	R ₂	物理定数 [融点]℃
1		C ₂ H ₅	[112~3]
2		C ₂ H ₅	[105~7]
8		C ₂ H ₅	[75~9]

4		nC ₄ H ₉	[48~8]
5		C ₂ H ₅	[131~3]
6		C ₂ H ₅	[170~1]
7		IO ₂ H ₇	n_D^{25} 1.6425
8		C ₂ H ₅	[112~3]
9		1C ₃ H ₇	[93~4]
10		nC ₄ H ₉	[60~1]
11		CH ₃	[82~3]
12		C ₂ H ₅	[122~3]
13		C ₂ H ₅	[95~6]

化合物番号	3日後殺虫率の評価	殺ダニ有効度の評価
1	卅	卅
2	卅	卅
3	十	卅
4	一	卅
5	卅	卅
7	一	卅
8	一	卅
9	卅	卅
10	十	卅
11	一	卅
14	卅	卅
15	卅	卅
16	卅	卅
17	十	卅
18	卅	卅
19	卅	卅
20	卅	卅
21	卅	卅
テアオン	一	卅

特開昭53-113024(5)

※ 3日後殺虫率及び殺ダニ有効度の評価

100% 卅
80-99% 卅
50-79% 十
0-49% 一

$$\text{殺ダニ有効度} = \frac{\text{無処理区成虫完成数} - \text{処理区成虫完成数}}{\text{無処理区成虫完成数}} \times 100$$

試験例2 ナミハダニに対する効力

2寸鉢に播種したインゲンの発芽後7~10日経過した時1本葉上に、有性リン剤抵抗性のナミハダニの雌成虫を30頭接種したのち、前記実施例に示された水和剤の処方に従って調製された本発明薬剤を、有効成分濃度が62.5%になるように水で希釈して散布した。散布3日後に殺虫率を求めるとともに成虫を除去し、この3日間に産下された卵に關し、成虫まで生育したか否かを11日に調査し殺ダニ有効度を求めた。結果は次の通りであつた。

化合物番号	3日後殺虫率の評価	殺ダニ有効度の評価
1	卅	卅
2	卅	卅
3	十	卅
5	卅	卅
8	一	卅
9	卅	卅
10	一	卅
14	卅	卅
15	一	卅
オマイト	卅	卅

※ 3日後殺虫率の評価及び殺ダニ有効度の評価

は試験例1に同じである。

試験例3 ミカンハダニに対する効力

直径9cmのシャーレにミカン葉をのせ、ミカンハダニ雌成虫を30頭接種した。翌の朝日には成虫が逃げないようにタンダルを敷いた。1日後に偽寄虫を抜き、本発明の有効成分化合物を、前記実施例の乳剤の処方に従い化合物濃度が500%になるように水で希釈して、1シャーレ当たり3ml

を散布した。散布3日後に殺虫率を求めるとともに成虫を除去し、その間に産下された卵に關して幼虫がふ化し得たか否かを7日後に調査し殺虫率を求めた。結果は次の通りであつた。

化合物番号	3日後殺虫率の評価	殺卵率の評価
1	十	卅
2	卅	卅
5	卅	十
9	卅	卅
ガルエクロン	十	卅

※ 3日後殺虫率及び殺卵率の評価

100% 卅
80-99% 卅
50-79% 十
0-49% 一

試験例4 チカイエカに対する効力

本発明有効成分化合物を前記実施例の乳剤の処方に従い、水で3%になるように希釈し、200mlのビーカーに150ml入れた。その中へチカイエカ

キャブタン	200	100	
	100	90	
	50	87	

キャブタン：N-トリクロルメチルチオアトラヒドロフタルイミド

試験例2. ヤユウリうどんこ病防除試験

本発明の水和剤の所定濃度の溶液を、鮮維糸のヤユウリ（品種「サツヤミドリ」）の幼葉に散布し、風乾させたのち、うどんこ病菌（*Ophacerotheca pallens*）を接種し、25℃前後の温度に置き、10日後に発病を調査し、発病率対照区の発病率を基準にして防除率を算出した。その結果を下表に示す。

化合物番号	有効成分濃度 (%)	防除率 (%)	結果
1.	200	100	なし
	100	100	・
2.	200	100	なし
	100	90	・

特開昭53-113024(7)

5	200	100	なし
	100	95	・
22	200	100	なし
	100	100	・
モレスタン	200	100	なし
	100	85	・

モレスタン：5-メチルキノキサリン-2,3-ジチオカーボネート

出 産 人 日本窒素株式会社

代 理 人 伊 藤 興 之

・ 横 山 吉 雄